

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) RU (11) **2 650 410** (13) C1

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
(51) МПК

[C22B 3/24 \(2006.01\)](#)
[C22B 59/00 \(2006.01\)](#)
[C08F 2/00 \(2006.01\)](#)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

Статус: действует (последнее изменение статуса: 18.03.2019)
Пошлина: учтена за 3 год с 08.07.2019 по 07.07.2020

(21)(22) Заявка: [2017124151](#), 07.07.2017(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
07.07.2017Дата регистрации:
13.04.2018Приоритет(ы):
(22) Дата подачи заявки: 07.07.2017(45) Опубликовано: [13.04.2018](#) Бюл. № [11](#)

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2487184 C1, 10.07.2013. RU
2417267 C1, 27.04.2011. RU 2008144647 A,
20.05.2010. RU 2063458 C1, 10.07.1996. CN
1127791 A, 31.07.1996. WO 2008101396 A1,
28.08.2008. CN 102011010 A, 13.04.2011.

Адрес для переписки:
614034, г. Пермь, ул. Воронежская, 56, АО
"Аксион - Редкие и Драгоценные
Металлы"

(72) Автор(ы):

Кондруцкий Дмитрий Алексеевич (RU),
Кириллов Евгений Владимирович (RU),
Рычков Владимир Николаевич (RU),
Кириллов Сергей Владимирович (RU),
Буньков Григорий Михайлович (RU),
Востров Евгений Сергеевич (RU),
Третьяков Виталий Александрович (RU),
Гаджиев Гаджи Рабаданович (RU),
Попонин Николай Анатольевич (RU),
Смышляев Денис Валерьевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Акционерное общество "Аксион - Редкие и
Драгоценные Металлы" (RU),
Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Уральский федеральный
университет имени первого Президента
России Б.Н. Ельцина" (RU),
Акционерное общество "Далур" (RU)

(54) ТВЕРДЫЙ ЭКСТРАГЕНТ С ВЫСОКОЙ ДИНАМИЧЕСКОЙ ОБМЕННОЙ ЕМКОСТЬЮ
ДЛЯ ИЗВЛЕЧЕНИЯ СКАНДИЯ И СПОСОБ ЕГО ПОЛУЧЕНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к составу и способу получения твердого экстрагента для извлечения скандия из сернокислых растворов. Предлагается твердый экстрагент (ТВЭКС) для извлечения скандия из скандийсодержащих растворов, содержащий стиролдивинилбензольную матрицу с ди-(2-этилгексил)фосфорной кислотой. При этом он дополнительно содержит три-н-октилфосфиноксид, трибутилфосфат, изододекан при следующем соотношении компонентов, мас. %: ди-(2-этилгексил)фосфорная кислота 32,0-37,5, три-н-октилфосфиноксид 4,2-8,0, трибутилфосфат 0,8-1,7, изододекан 16,7-20,0, стиролдивинилбензол остальное, причем соотношение между стиролом и дивинилбензолом в матрице равно 75-80 к 20-25 мас. %. Предложен также способ получения вышеуказанного ТВЭКС. Технический результат заключается в получении селективного к скандию ТВЭКС с высокой динамической обменной емкостью. 2 н.п. ф-лы, 2 пр.

Изобретение относится к составу и способу получения твердого экстрагента для извлечения скандия из сернокислых растворов в экстракционных процессах гидрометаллургического производства после извлечения урана, никеля, меди или других металлов при их добыче методом подземного выщелачивания.

В настоящее время для извлечения скандия известны фосфорсодержащие ионообменные смолы, импрегнированные сорбенты (импрегнаты) и твердые экстрагенты (ТВЭКСы). При этом ионообменные смолы, импрегнаты и ТВЭКСы имеют как присущие им достоинства, так и свои недостатки.

Известен способ получения сорбента для селективного извлечения ионов скандия с пространственно-затрудненной группой α -гидроксифосфоновой кислоты путем ацилирования сополимера стирола с дивинилбензолом в присутствии катализатора Фриделя-Крафтса с последующим фосфорилированием ацилированного сополимера треххлористым фосфором. Сорбент, полученный по заявленному способу, обладает значительно большим сродством к скандию, чем к железу (III) (RU 2531916, 26.04.2013).

Недостатком данного способа получения сорбента является его невысокая емкость при извлечении скандия, что обусловлено низкой степенью доступности функциональных групп за счет стерических затруднений, создаваемых полимерной матрицей, а также за счет значительной сорбции ионов урана и тория из сульфатных растворов, что затрудняет использование полученного по данному способу сорбента для извлечения скандия из растворов, содержащих уран и торий.

Известны полимерные импрегнированные сорбенты (импрегнаты), содержащие экстрагент и полимерную смолу, для извлечения редкоземельных металлов, в том числе скандия из растворов выщелачивания. Экстрагент может быть катионный, анионный или неионогенный. Полимерная смола может быть без функциональных групп или с сульфогруппами, карбоксильными, иминодиуксусными, фосфорнокислыми или аминоксильными группами. Способ получения импрегнированных сорбентов включает насыщение полимерной смолы в растворе экстрагента, отделение насыщенной экстрагентом смолы от раствора на фильтре и сушку насыщенной экстрагентом смолы для удаления остатков растворителя (WO 2017074921, 04.05.2017).

Недостатком данных импрегнированных полимерных сорбентов, полученных методом пропитки раствором экстрагента полимерных смол, является повышенная склонность к вымыванию экстрагента в мобильную фазу при эксплуатации сорбентов, что сокращает срок службы сорбента и приводит к нежелательному образованию «хвоста», загрязняющего экстрагентом исходные растворы и получаемые скандиевые концентраты.

В настоящее время наиболее перспективными сорбентами для извлечения скандия из продуктивных сернокислых растворов являются твердые экстрагенты (ТВЭКСы). Проведено сравнительное изучение селективности ТВЭКСов с различными экстрагентами по отношению к скандию, содержащемуся в сернокислом растворе выщелачивания урановых руд. Исследованы характеристики таких ТВЭКСов, содержащих в качестве экстрагентов ди-2-этилгексилфосфорную кислоту, ди-(2,4,4-триметилпентил)фосфиновую кислоту, аминометилфосфоновую кислоту, полученные сополимеризацией указанных экстрагентов в смеси со стиролом и дивинилбензолом. В результате исследований сделан вывод, что ТВЭКСы на основе ди-2-этилгексилфосфорной кислоты обладают высокой селективностью и емкостью к скандию в диапазоне pH 1,1-2,0 возвратного раствора, что позволяет снизить расход реагентов на корректирование pH, обеспечить высокую степень извлечения, а также получение более чистого конечного раствора скандия, направляемого на получение товарного соединения (RU 2417267, 17.09.2009; RU 2613246, 09.06.2016; RU 2612107, 22.07.2015).

На основе анализа известного уровня техники перспективным представляется синтез сорбентов-ТВЭКСов для извлечения скандия на основе ди-2-этилгексилфосфорной кислоты, которые по комплексу показателей (цена, pH сорбции скандия, емкость и селективность) являются вполне приемлемыми для производственных нужд.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату является способ получения сорбента (ТВЭКСа) для селективного извлечения скандия, включающий получение исходной смеси компонентов, содержащей фосфорорганическое соединение (ди-2-этилгексилфосфорную кислоту), инициатор полимеризации, стирол и дивинилбензол, интенсивное перемешивание смеси и выдержку с последующим повышением температуры до 90°C и выдержкой при этой температуре при перемешивании, охлаждение реакционной смеси, фильтрацию полученного продукта, промывку и сушку (RU 2487184, 03.11.2011).

Основными недостатками известного сорбента и способа его получения являются низкая динамическая обменная емкость, связанная с образованием в процессе синтеза закрытых микропор и отсутствием макропор, что приводит к низкой кинетике сорбции, а следовательно, и динамической обменной емкости, а также дороговизна и низкая промышленная доступность краун-эфиров (дибензо-18-краун-6), что затрудняет использование сорбента и способа его получения в промышленных масштабах и делает нерентабельным промышленный процесс извлечения скандия из растворов подземного выщелачивания, например, урановых руд.

Задачей предлагаемого изобретения является разработка сорбента (ТВЭКС) с высокой динамической обменной емкостью для извлечения скандия и технологичного способа его получения. Высокая динамическая обменная емкость позволяет проводить процесс сорбции скандия при удельных нагрузках 10 и более колоночных объемов в час и уменьшить объем смолы, загружаемой в колонну, что в свою очередь приводит к увеличению удельного количества снимаемого при десорбции скандия с единицы объема смолы, что положительно сказывается на рентабельности процесса извлечения скандия из растворов подземного выщелачивания.

Поставленная задача решается описываемым способом получения твердого экстрагента (ТВЭКС) для извлечения скандия из скандийсодержащих растворов, который включает получение смеси исходных компонентов, содержащей фосфорорганическое соединение на основе ди-2-этилгексилфосфорной кислоты, стирол и дивинилбензол, диспергирование смеси в 0,7% растворе крахмала в воде при интенсивном перемешивании смеси, выдержку с последующим повышением температуры до 90°C и выдержку при этой температуре при перемешивании, охлаждение реакционной смеси, промывку продукта, при этом к смеси стирола, дивинилбензола, ди-2-этилгексилфосфорной кислоты добавляют три-н-октилфосфиноксид, трибутилфосфат, изододекан, пероксид бензоила при следующем соотношении компонентов, мас. %:

ди-(2-этилгексил)фосфорная кислота	8,74-9,93
три-н-октилфосфиноксид	1,10-2,18
трибутилфосфат	0,22-0,44
пероксид бензоила	0,22-0,25
изододекан	4,41-5,46
0,7%-ный раствор крахмала в воде	72,48-73,26
стирол	8,03-8,48
дивинилбензол	2,12-2,68

повышение температуры осуществляют со скоростью 0,5°C/мин, выдержка при 80°C составляет 5 ч, выдержка при 90°C - 2 ч.

В настоящее время из патентной и научно-технической литературы не известен твердый экстрагент для извлечения скандия из скандийсодержащих растворов с предлагаемым количественным соотношением компонентов, а также способ его получения.

В объеме вышеуказанной совокупности признаков достигается технический результат, поскольку при проведении процесса в заявленных условиях обеспечивается образование открытых макропор за счет использования изододекана, обладающего расслаивающими свойствами для мономер-полимерной смеси при проведении полимеризации, создается необходимое внутреннее поровое пространство, три-н-октилфосфиноксид и трибутилфосфат выступают интермедиатами, увеличивающими скорость комплексообразования ди-2-этилгексилфосфорной кислоты со скандием, что в свою очередь приводит к увеличению кинетики и динамической обменной емкости ТВЭКС.

Не ограничивая себя определенной теорией, можно предположить следующее.

Изододекан является хорошим растворителем для стирола и дивинилбензола, однако, не растворяет стиролдивинилбензольный полимер, который в процессе синтеза выпадает из гомогенной смеси и приводит к агрегации раствора экстрагента в микрокапли, которые впоследствии образуют макропоры гранулы, улучшающие кинетику сорбции скандия. С другой стороны добавка три-н-октилфосфиноксида и трибутилфосфата также меняет коэффициент поверхностного натяжения на границе раздела фаз полимер-мономерная смесь, приводя к формированию более проникающей для скандийсодержащего раствора полимерной структуры по сравнению со способом, описанным в прототипе. Остатки растворителя после синтеза внутри гранул ТВЭКС положительно влияют на кинетику сорбции, благодаря снижению вязкости ди-2-этилгексилфосфорной кислоты и увеличению подвижности функциональных групп, что положительно сказывается на скорости формирования комплексных соединений с ионами скандия. Другим возможным объяснением

положительного влияния на кинетику сорбции и динамическую обменную емкость добавки соединений три-н-октилфосфиноксида и трибутилфосфата является их поляризирующий эффект, приводящий к снижению энергии комплексообразования скандия с ди-2-этилгексилфосфорной кислотой, что увеличивает скорость поглощения скандия ТВЭКСом.

В способе-прототипе полученный ТВЭКС является полимером с гелевой структурой матрицы, в которой отсутствует свободный внутренний объем, что снижает динамическую обменную емкость.

В отличие от прототипа ТВЭКС, полученный в соответствии с заявленным способом, имеет свободный внутренний объем. Для образования внутреннего порового пространства в реакционную массу вводят изододекан.

Все упомянутое выше принципиально отличает полученный нами ТВЭКС и способ его получения от ТВЭКСа и способа получения, известного из прототипа.

Предлагаемый способ может быть осуществлен следующим образом. В емкости, снабженной холодильником и механическим перемешивающим устройством, готовят дисперсионную среду (0,7% раствор крахмала в дистиллированной воде) при интенсивном перемешивании и нагревании до 90°C с последующим охлаждением охлаждают до 55°C со скоростью 1°C/мин.

В отдельной емкости, снабженной холодильником и механическим перемешивающим устройством, готовят полимеризационную смесь путем последовательного смешивания при работающей мешалке стирола, дивинилбензола, пероксида бензоила, ди-2-этилгексилфосфорной кислоты, три-н-октилфосфиноксида, трибутилфосфата и изододекана. Содержимое колбы перемешивается до получения однородного прозрачного желтоватого раствора.

Суспензионную полимеризацию реакционной смеси с получением гранул твердого экстрагента проводят в емкости, где предварительно была приготовлена дисперсионная среда. Синтез осуществляется при следующем соотношении компонентов, в мас. %:

ди-(2-этилгексил)фосфорная кислота	8,74-9,93
три-н-октил фосфиноксид	1,10-2,18
трибутилфосфат	0,22-0,44
пероксид бензоила	0,22-0,25
изододекан	4,41-5,46
0,7%-ный раствор крахмала в воде	72,48-73,26
стирол	8,03-8,48
дивинилбензол	2,12-2,68

При работающей мешалке полимеризационную смесь тонкой струей вливают в дисперсионную среду при температуре 55°C. При этом смесь постепенно разбивается на капли размером 1,5-2,0 мм. Перемешивают при этой температуре в течение 10 минут. Далее смесь при работающей мешалке нагревают по следующей схеме: нагрев от 55°C до 80°C со скоростью 0,5°C/мин, выдержка при 80°C в течение 5 ч, нагрев до 90°C со скоростью 0,5°C/мин, выдержка при данной температуре в течение 2 ч.

Далее реакционную массу охлаждают до температуры 40°C, выключают перемешивающее устройство и дают реакционной массе разделиться на 2 слоя: верхний слой с гранулами твердого экстрагента и нижний слой с отработанной дисперсионной средой. Нижний слой декантируют, а верхний слой с гранулами твердого экстрагента промывают от остатков крахмала деионизированной водой при перемешивании в течение 1-2 минут, затем выключают перемешивающее устройство и дают содержимому колбы расслоиться на 2 слоя. Операцию декантации нижнего слоя и промывки гранул твердого экстрагента повторяют аналогичным образом 3 раза.

Полученный твердый экстрагент рассеивают путем мокрого рассева на ситах 0,63-1,6 мм.

Полученный твердый экстрагент представляет собой гранулы белого цвета размером 0,63-1,6 мм при следующем соотношении компонентов, мас. % (в пересчете на сухой продукт):

ди-(2-этилгексил)фосфорная кислота	32,0-37,5
три-н-октилфосфиноксид	4,2-8,0
трибутилфосфат	0,8-1,7
изододекан	16,7-20,0
стиролдивинилбензол	остальное

при этом соотношение между стиролом и дивинилбензолом в матрице равно 75-80 к 20-25 мас. %.

Ниже приведены конкретные примеры, не ограничивающие, а лишь иллюстрирующие возможность осуществления изобретения.

Пример.

Пример 1. В трехгорлой колбе объемом 5 л, снабженной холодильником и механическим перемешивающим устройством, погруженной в обогреваемую баню, готовят дисперсионную среду (0,7% раствор крахмала). Для этого загружают 2,59 л дистиллированной воды и нагревают до 90°C. Далее при работающей мешалке загружают 2,02 г суспензии крахмала в 300 мл воды. Перемешивают в течение 10 минут и охлаждают до 55°C со скоростью 1°C/мин.

Отдельно в трехгорлой колбе объемом 2 л, снабженной холодильником и механическим перемешивающим устройством, готовят полимеризационную смесь.

При работающей мешалке последовательно смешивают 0,3205 кг стирола (без удаления ингибитора), 0,1068 кг дивинилбензола (без удаления ингибитора), 0,0087 кг пероксида бензоила, 0,3488 кг ди-2-этилгексилфосфорной кислоты, 0,0872 кг три-н-октилфосфиноксида, 0,0087 кг трибутилфосфата и 0,218 кг изододекана. Содержимое колбы перемешивается до получения гомогенного прозрачного желтоватого раствора.

Суспензионную полимеризацию реакционной смеси с получением гранул твердого экстрагента проводят в трехгорлой колбе, объемом 5 л, где предварительно была приготовлена дисперсионная среда. Синтез осуществляется при следующем соотношении компонентов, в мас. %:

ди-(2-этилгексил)фосфорная кислота	8,74
три-н-октилфосфиноксид	2,18
трибутилфосфат	0,22
пероксид бензоила	0,22
изододекан	5,46
0,7%-ный раствор крахмала в воде	72,48
стирол	8,03
дивинилбензол	2,68

При работающей мешалке полимеризационную смесь, полученную в 2 л трехгорлой колбе, тонкой струей вливают в дисперсионную среду при температуре 55°C. При этом смесь постепенно разбивается на капли размером 1,5-2,0 мм. Перемешивают при этой температуре в течение 10 минут. Далее смесь при работающей мешалке нагревают по следующей схеме: нагрев от 55°C до 80°C со скоростью 0,5°C/мин, выдержка при 80°C в течение 5 ч, нагрев до 90°C со скоростью 0,5°C/мин, выдержка при данной температуре в течение 2 ч.

Далее реакционную массу в 5 л трехгорлой колбе охлаждают до температуры 40°C, выключают перемешивающее устройство и дают реакционной массе разделиться на 2 слоя: верхний слой с гранулами твердого экстрагента и нижний слой с отработанной дисперсионной средой. Нижний слой декантируют, а верхний слой с гранулами твердого экстрагента промывают от остатков крахмала 2,5 кг деионизированной воды при перемешивании в течение 1-2 минут, затем выключают перемешивающее устройство и дают содержимому колбы расслоиться на 2 слоя. Операцию декантации нижнего слоя и промывки гранул твердого экстрагента повторяют аналогичным образом 3 раза.

Полученный твердый экстрагент рассеивают путем мокрого рассева на ситах 0,63-1,6 мм. Выход твердого экстрагента составляет 1,1 кг.

Полученный твердый экстрагент представляет собой гранулы белого цвета размером 0,63-1,6 мм при следующем соотношении компонентов, мас. % (в пересчете на сухой продукт):

ди-(2-этилгексил)фосфорная кислота	32,0
три-н-октилфосфиноксид	8,0
трибутилфосфат	0,8
изододекан	20,0
стиролдивинилбензол	39,2

при этом соотношение между звеньями стирола и дивинилбензола в матрице равно 75:25.

Пример 2. В трехгорлой колбе объемом 5 л, снабженной холодильником и механическим перемешивающим устройством, погруженной в обогреваемую баню, готовят дисперсионную среду (0,7% раствор крахмала). Для этого загружают 2,59 л дистиллированной воды и нагревают до 90°C. Далее при работающей мешалке загружают 2,02 г суспензии крахмала в 300 мл воды. Перемешивают в течение 10 минут и охлаждают до 55°C со скоростью 1°C/мин.

Отдельно в трехгорлой колбе объемом 2 л, снабженной холодильником и механическим перемешивающим устройством, готовят полимеризационную смесь. При работающей мешалке последовательно смешивают 0,3348 кг стирола (без удаления ингибитора), 0,0837 кг дивинилбензола (без удаления ингибитора), 0,0099 кг пероксида бензоила, 0,3924 кг ди-2-этилгексилфосфорной кислоты, 0,0436 кг три-н-октилфосфиноксида, 0,0174 кг трибутилфосфата и 0,1744 кг изододекана. Содержимое колбы перемешивается до получения гомогенного прозрачного желтоватого раствора.

Суспензионную полимеризацию реакционной смеси с получением гранул твердого экстрагента проводят в трехгорлой колбе, объемом 5 л, где предварительно была приготовлена дисперсионная среда. Синтез осуществляется при следующем соотношении компонентов, в мас. %:

ди-(2-этилгексил)фосфорная кислота	9,93
три-н-октилфосфиноксид	1,10
трибутилфосфат	0,44
пероксид бензоила	0,25
изододекан	4,41
0,7%-ный раствор крахмала в воде	73,26
стирол	8,48
дивинилбензол	2,12

При работающей мешалке полимеризационную смесь, полученную в 2 л трехгорлой колбе, тонкой струей вливают в дисперсионную среду при температуре 55°C. При этом смесь постепенно разбивается на капли размером 1,5-2,0 мм. Перемешивают при этой температуре в течение 10 минут. Далее смесь при работающей мешалке нагревают по следующей схеме: нагрев от 55°C до 80°C со скоростью 0,5°C/мин, выдержка при 80°C в течение 5 ч, нагрев до 90°C со скоростью 0,5°C/мин, выдержка при данной температуре в течение 2 ч.

Далее реакционную массу в 5 л трехгорлой колбе охлаждают до температуры 40°C, выключают перемешивающее устройство и дают реакционной массе разделиться на 2 слоя: верхний слой с гранулами твердого экстрагента и нижний слой с отработанной дисперсионной средой. Нижний слой декантируют, а верхний слой с гранулами твердого экстрагента промывают от остатков крахмала 2,5 кг деионизированной воды при перемешивании в течение 1-2 минут, затем выключают перемешивающее устройство и дают содержимому колбы расслоиться на 2 слоя. Операцию декантации нижнего слоя и промывки гранул твердого экстрагента повторяют аналогичным образом 3 раза.

Полученный твердый экстрагент рассеивают путем мокрого рассева на ситах 0,63-1,6 мм. Выход твердого экстрагента составляет 1,0 кг.

Полученный твердый экстрагент представляет собой гранулы белого цвета размером 0,63-1,6 мм при следующем соотношении компонентов, мас. % (в пересчете на сухой продукт):

ди-(2-этилгексил)фосфорная кислота	37,5
три-н-октилфосфиноксид	4,2
трибутилфосфат	1,7
изододекан	16,7
стиролдивинилбензол	39,9

при этом соотношение между звеньями стирола и дивинилбензола в матрице равно 80:20.

Исследование свойств полученного ТВЭКС на динамическую обменную емкость по скандию представлено ниже.

Определение динамической обменной емкости по скандию.

Испытания сорбентов, полученных по примерам 1 и 2, проводили в динамических условиях сорбции скандия из сульфатного раствора, моделирующего раствор подземного выщелачивания урановой руды. Состав сульфатного раствора мг/л: Na - 1568,2; K - 122,4; B - 22,1; Ca - 487,4; Mg - 412,5; Al - 1191,2; Mo - 1,2; Fe - 1110,2; V - 21,0; Sc - 0,7; Y - 7,3; La - 3,8; Ce - 9,8; Pr - 1,5; Nd - 6,7; Sm - 1,5; Eu - 0,4; Gd - 1,6; Tb - 0,2; Dy - 1,2; Ho - 0,2; Er - 0,6; Tm - 0,1; Yb - 0,5; Lu - 0,1; U - 1,4; Th - 1,7; P - 4,9; H₂SO₄ - 7500; pH=1,3-1,4.

Для проведения испытаний использовалась лабораторная установка, состоящая из перистальтического насоса, емкости с исходным раствором, вместимостью не менее 5 дм³, стеклянной колонки с внутренним диаметром 7±1 мм и высотой 120±5 мм, в нижнюю часть которой впаяна стеклянная пластина из пористого стекла, не

пропускающая зерен ТВЭКС и обладающая малым сопротивлением фильтрации, и емкости-приемника.

Испытания проводили по следующей методике.

ТВЭКС отмеряют мерным цилиндром, объемом 10 см³, несколько раз уплотняя его, постукивая дном цилиндра о деревянную поверхность, и добиваются объема сорбента в мерном цилиндре 2,7 см³. Количественно переносят ТВЭКС в колонку (соотношение диаметра колонки к высоте слоя загрузки ТВЭКС 1:10) с помощью подкисленной до pH=1,8 серной кислотой дистиллированной воды. Запирают слой ТВЭКСа, предотвращая его всплытие при проведении эксперимента, уплотняя сверху слой фторопластовой стружкой. Следят за тем, чтобы между гранул не попали пузырьки воздуха. Сливают избыток раствора из колонки, оставляя над слоем сорбента объем раствора 10-15 мм.

Подключают шланг для подачи раствора к верхней части колонки. Включают насос, установив расход рабочего раствора для насыщения, равный 10 колоночным объемам в час (27 мл/ч). Включают подачу рабочего раствора. Каждые 2 часа отбирают порции фильтрата, измеряя их объем с точностью до 0,1 см³. От каждой порции фильтрата, а также исходного раствора, отбирают пробы и контролируют в ходе проведения эксперимента появление скандия в фильтратах. Завершают эксперимент при появлении проскока по скандию в фильтрате, равного 10% от исходной концентрации скандия.

По результатам анализов проб рассчитывают значение динамической обменной емкости по скандию ДОЕ(Sc) (в мг/см³) по формуле:

$$DOE = \frac{V_1 \cdot C(Sc)_{исх}}{V_c},$$

где V_1 - общий объем рабочего скандийсодержащего раствора, пропущенный через колонку с сорбентом до достижения в фильтрате 10% от исходной концентрации скандия в растворе, дм³;

$C(Sc)_{исх}$ - концентрация скандия в исходном рабочем растворе, мг/дм³;

V_c - объем сорбента в колонке, см³.

По результатам испытаний ДОЕ(Sc) для ТВЭКСов из примеров 1 и 2 составила 2,0 и 1,8 мг/см³, соответственно, что в 2,6-2,8 раза больше ДОЕ(Sc) для ТВЭКС по прототипу (0,7 мг/см³).

Таким образом, проведенные нами исследования показали, что ТВЭКС, полученный в соответствии с заявленным способом, обеспечивает повышенную динамическую обменную емкость при извлечении скандия из сульфатных растворов. Помимо этого, способ получения ТВЭКС характеризуется технологичностью, а сам ТВЭКС промышленной применимостью для извлечения скандия из растворов подземного выщелачивания урановых руд.

Формула изобретения

1. Твердый экстрагент (ТВЭКС) для извлечения скандия из скандийсодержащих растворов, содержащий матрицу из стиролдивинилбензола с фосфорорганическим соединением на основе ди-2-этилгексилфосфорной кислоты, отличающийся тем, что он дополнительно содержит три-н-октилфосфиноксид, трибутилфосфат, изододекан при следующем соотношении компонентов, мас. %:

ди-(2-этилгексил)фосфорная кислота	32,0-37,5
три-н-октилфосфиноксид	4,2-8,0
трибутилфосфат	0,8-1,7
изододекан	16,7-20,0
стиролдивинилбензол	остальное

при этом отношение стирола и дивинилбензола в матрице составляет 75-80 : 20-25 мас. %.

2. Способ получения твердого экстрагента (ТВЭКС) для извлечения скандия из скандийсодержащих растворов, включающий получение смеси исходных компонентов, содержащей фосфорорганическое соединение на основе ди-2-этилгексилфосфорной кислоты, стирол и дивинилбензол, диспергирование смеси в 0,7%-ном растворе крахмала в воде при интенсивном перемешивании смеси,

выдержку с последующим повышением температуры до 90°C и выдержку при этой температуре при перемешивании, охлаждение реакционной смеси и промывку продукта, отличающийся тем, что к смеси стирола, дивинилбензола и ди-2-этилгексилфосфорной кислоты добавляют три-н-октилфосфиноксид, трибутилфосфат, изододекан и пероксид бензоила при следующем соотношении компонентов, мас. %:

ди-(2-этилгексил)фосфорная кислота	8,74-9,93
три-н-октилфосфиноксид	1,10-2,18
трибутилфосфат	0,22-0,44
пероксид бензоила	0,22-0,25
изододекан	4,41-5,46
0,7%-ный раствор крахмала в воде	72,48-73,26
стирол	8,03-8,48
дивинилбензол	2,12-2,68

а температуру повышают со скоростью 0,5°C/мин с выдержкой в течение 5 часов при 80°C и выдержкой в течение 2 часов при 90°C.